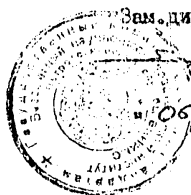


Государственный комитет СССР по стандартам

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ВНИИС



Э.Э.Зульфугарзаде

" 07 " 1984 г

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
МИКРОСПИЦИ "ГАЗОХРОМ 101"
МИ 485-84
МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Государственный комитет СССР по стандартам

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
МИКРОСПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101"

МИ 485 - 84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Л60.284.002

г. Москва, 1984 г

РАЗРАБОТАНЫ: Министерством приборостроения, средств автоматизации и систем управления, МПО "Манометр"
ВНИИХРОМ, завод "Хроматограф"

ИСПОЛНИТЕЛИ: Черных Е.М., Шишкина А.Ф., Ахундов С.Ф.

УТВЕРЖДЕНЫ: Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологической службы Госстандарта СССР

Настоящие методические указания распространяются на микрошприц "Газохром IOI" (в дальнейшем - микрошприц) и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок. Периодичность поверки не реже 1 раза в год.

I. Операции поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл. I.

Таблица I

Наименование операций	Номер пункта методических указаний
Внешний осмотр	4.1.
Опробование: промывка микрошприца	4.2.
Определение ^{проверка на герметичность} метрологических характеристик : определение предельного отклонения объема	4.3.
дозы от номинального	4.4.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

При проведении поверки должны применяться следующие средства поверки:

весы лабораторные рычажные ВЛР-20 г класса 2 по ГОСТ 24104-80;
термометр 4-Б2 по ГОСТ 215-73, цена деления 0,1°C, предел измерения 0-55 °С,

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
ампула стеклянная ^{вместимостью} объем I мл по ^{ОСТ 64-2-485-84} ГОСТ 18122-75,
растворитель (спирт по ГОСТ 18300-72);

Л60.284.002

№ п/п, № табл. Повер. и ввезда
 № докум. № табл. и дата
 № п/п, № табл. Повер. и ввезда
 № докум. № табл. и дата

№ п/п	№ табл.	№ докум.	№ табл.	Дата
1	Резерв	Шиликина	11.11	1989
2	Повер.	Черных	11.11	1989
3	Нач. от	Таноян	11.11	1989
4	И. контр.	Арастова	11.11	1989
5	Контр.			

Микрошприц "Газохром IOI"
Методы и средства поверки

Лист	Лист	Листов
1	2	8

Московский опытный завод "Хроматограф"

стенд для проверки микрошприца на герметичность (см. Приложение¹);

секундомер СДСпр-1-2 по ГОСТ 5072-72;

лупа бинокулярная ВЛ-2 ТУ 3-687-73;

баллон 40 л с азотом по ГОСТ 9293-59;

редуктор баллонный ДМП-1-65 по ГОСТ 13861-80.

Допускается применение средств измерений, метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

3. Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки должны соблюдаться условия, необходимые для нормальной работы микроаналитических весов :

температура в помещении - $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и не должна изменяться в процессе работы более чем на $0,5 ^\circ\text{C}$ в течение 1 часа;

относительная влажность воздуха - от 30 до 80 %.

Подготовительные работы следует выполнять в соответствии с указаниями, изложенными в паспорте на микрошприц Лб 2.793.000 ПС.

4. Проведение поверки

4.1. Внешним осмотром устанавливают отсутствие механических повреждений изделия, не допускаются заусенцы на конце иглы и ее искривления, трещины стеклянного баллона, расплывчатость линий и оцифровки шкалы,

4.2. Перед началом и в конце цикла поверки микрошприц промывают трех-пятикратным прокачиванием спиртом.

4.3. Проверка герметичности осуществляется на стенде (см. Приложение¹):

редуктором баллонным (3) устанавливают давление азота (400 ± 10) КПа по образцовому манометру (7). Прокачивают микрошприц (8) 3-5 раз, держа иглу под водой, медленно набирают дозу (1 мкл), затем выдавливают воду на срез иглы. Держа срез под лупой, убеждаются в отсутствии пузырьков воздуха в капле. Возвращают шток в исходное положение. Вставляют микрошприц в камеру (4), проткнув резиновое

Уч. № дубл. Подп. и дата
Выпущен №
Подп. и дата
Уч. № подл. 7844

Изм.	Лист	Число	Подп.	Дата

ЛБ 0.284.002

Лист
3

уплотнение(6), открывают клапан, через 2 минуты клапан закрывают, вынимают микрошприц и выдавливают воду на срез иглы. Затем, держа срез под душой, медленно выдвигают шток до того момента, как капля на срезе скроется в канале иглы. По разности показаний шкалы микрошприца в начале операции и в конце определяют объем утечки воды. Это значение не должно превышать 0,2 мкл. В случае, если объем утечки превышает указанное значение, разрешается подтянуть уплотнение и произвести повторную проверку.

4.4. Определение объема дозы производят весовым методом:

4.4.1. Перед взвешиванием проверяемые микрошприцы, дистиллированную воду вместе с термометром, стеклянные ампулы помещают на 30 минут рядом с весами, чтобы они приняли температуру окружающей среды.

4.4.2. Массу определяют методом взвешивания на одном плече в соответствии с ГОСТ 13703-68. Для этого выполняют следующие операции:

предварительно просушенную ампулу с небольшим кусочком ваты на дне с помощью пинцета помещают на одну из чашек весов. Уравновешивают чашку набором гирь и записывают полученное значение массы. Затем ампулу пинцетом снимают с весов и помещают в штатив. Опускают иглу микрошприца в сосуд с дистиллированной водой, после трех-пятикратного прокачивания плавно заполняют объем микрошприца, установив срез поршня на нужном делении шкалы. Удаляют с наружной поверхности иглы следы дистиллированной воды фильтровальной бумагой, не допуская прикосновения к срезу иглы. Осторожно вводят иглу микрошприца в ампулу, касаясь кончиком иглы кусочка ваты на дне, вводят в ампулу объем дистиллированной воды из микрошприца. Операцию продолжают 10 раз для объема 1 мкл и 20 раз для объема 0,5 мкл. После заполнения ампулу взвешивают. По разности масс заполненной и пустой ампулы определяют массу дистиллированной воды.

Взвешивание производят три раза.

№ п/п №-подл. / год и дата / № инв. №-дубл. / год и дата / Подп. и дата /

4844 /

Лб 0.284.002

Лист /

4.4.4. Предельное отклонение действительного значения объема дозы от номинального (ΔV) определяют по формуле:

$$\Delta V = V_g - V_n \quad (1)$$

где ΔV - в мкл;

V_n - номинальный объем дозы микрошприца (1,0 или 0,5)мкл

V_g - действительное значение объема дозы микрошприца, мкл, определяют по формуле:

$$V_g = \frac{x_{cp}}{d_{20}} \cdot 10^3 \quad (2)$$

где d_{20}^t - плотность воды при 20 °С;

$$d_{20}^t = 0,998204 \text{ г/см}^3;$$

x_{cp} - среднее значение массы одного дозирования, г, определяют по формуле:

$$x_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} x_i}{m \cdot n} \quad (3)$$

где x_i - масса дистиллированной воды при i -ом взвешивании, г;

n - число взвешиваний;

m - число дозирования в одну ампулу;

4.4.5. В случае, если значение предельного отклонения объема дозы $\Delta V < 0,05$ мкл, то считают, что микрошприц прошел проверку. В случае, если $\Delta V \geq 0,05$ мкл, микрошприц бракуется. Допускается микрошприц, не прошедший проверку, отремонтировать. После ремонта микрошприц подвергается повторной проверке.

При правильном соблюдении вышеизложенной методики суммарная погрешность аттестации не превышает 25% (см. Приложение 2.)

УИФ № 1-подп. Подп. и дата
 28.04
 7844
 УИФ № 1-подп. Подп. и дата
 28.04
 7844
 УИФ № 1-подп. Подп. и дата
 28.04
 7844

Изм.	Листа	№ докум.	Подп.	Дата

Л60.284.002

Лист

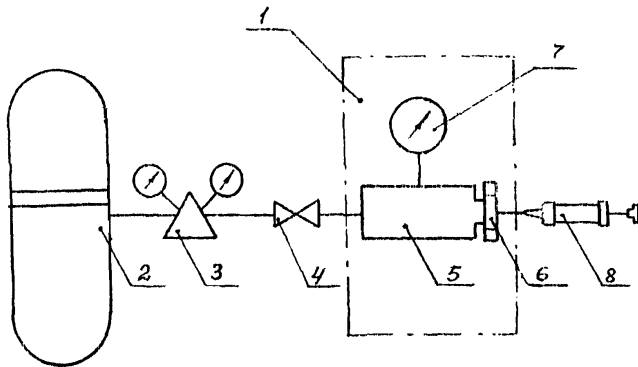
5

ПРИЛОЖЕНИЕ

Стенд для проверки герметичности микрошприца (8) состоит из пневматического устройства Л62.959.003 (1), соединенного с помощью трубопроводов с газовым баллоном (2).

Устройство пневматическое состоит из камеры (5) имитирующей испарительное устройство хроматографа. Камера представляет собой цилиндр, у которого с одной стороны находятся впаянные концы газовой линии, с другой - накидная гайка с резиновым уплотнением (6), обеспечивающим герметичность.

В камеру через клапан (4) подается азот из баллона с помощью редуктора (3). Давление контролируется образцовым манометром (7).



- 1. Пневматическое устройство
- 2. Баллон газовый
- 3. Редуктор баллонный
- 4. Клапан

- 5. Камера
- 6. Уплотнение резиновое
- 7. Манометр образцовый МО 160-0,6 МПа
ГОСТ 6521-72
- 8. Микрошприц

ИЛБ №-подл. Подл. и дата
 Взвешив. №. УИВ №-дубль Подл. и дата
 7344

ИЛБ	УИВ	№-дубль	Подл.	Дата

Л60.284.002

Лист
7

РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТАЦИИ МИКРОШПРИЦЕВ
"ГАЗОХРОМ - 101"

Приложение 2

1. Оценку относительного среднего квадратического отклонения результата измерения массы дистиллированной воды определяют по формуле:

$$S_{отн} = \frac{1}{\bar{m}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{m} - m_i)^2}{n(n-1)}};$$

где n - число наблюдений,

m_i - масса дистиллированной воды в i -м наблюдении.

Из статистических данных $S_{отн} \leq 0,0063$;

2. Границу неисключенной систематической погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$\theta = \frac{\sum \delta}{S_t};$$

где S_t - значение плотности дистиллированной воды при температуре t °C; отсюда

δ - погрешность значения плотности дистиллированной воды (находят по справочным данным с учетом температурной t °C погрешности опыта)

Из статистических данных $\theta \leq 0,000021$,

3. Определяют отношение

$$\frac{\theta}{S_{отн}} = \frac{0,000021}{0,0063} = 0,0033$$

Так как $\frac{\theta}{S_{отн}} < 0,8$, то неисключенной систематической погрешностью по сравнению со случайной пренебрегают и принимают, что граница погрешности

$$S_V = E$$

4. Доверительные границы погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$S_V = 1,15 (t_q S_{отн});$$

где t_q - коэффициент Стьюдента

$$t_q \text{ для } n=4 \text{ и } P=0,95 \quad t_q = 3,182.$$

$$\text{тогда } S_V = 1,15 (3,182 \cdot 0,0063) \cdot 100\% = 2,31\% \approx \underline{2,5\%}$$

Проверено:
 Подпись:
 Дата:

1	Ноб.	№ 2412	Гр. м. 17	20.01.85
2	Изм.	Изм.	Изм.	Изм.

МИ 485 84

Лист
7а

Лист регистрации изменений

З/м	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	№ докум.	Входящий сопроводительный документ и дата	Подп.	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					
<i>№ 6</i>					8	<i>15329</i>		<i>В.И.</i>	<i>2002</i>
1	<i>235</i>	-	<i>72</i>	-	9	<i>162412</i>		<i>В.И.</i>	<i>201.99</i>

№ 235
 Подп. *В.И.*
 Дата *2002*

Л60.284.002

Лист
8

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора ВНИИМС

В.К. Овчаров

В.К. Овчаров 2000 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1

МИ 485-84

"МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
МИКРОШПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101".
МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ"

Пункт 1, таблица 1. Последние две строки изложить в новой редакции:

"– определение отклонения действительного значения вместимости от номинального."

Пункт 4.4. Изложить в новой редакции:

"Определение отклонения действительного значения вместимости от номинального проводят весовым методом."

Пункт 4.4.2. Последний абзац изложить в новой редакции:

"Определение производят три раза."

Пункт 4.4.4. Изложить в новой редакции первую, вторую, четвертую, пятую, седьмую, восьмую строки:

"Отклонение действительного значения вместимости от номинального (ΔV) определяют по формуле:"

" V_n – номинальная вместимость микрошприца 1.00 мкл"

" V_d – действительное значение вместимости микрошприца,"

" d^t – плотность воды при температуре окружающего воздуха, г/см³ (Приложение 2)".

Заменить в формуле (2) " d_{20}^t " на " d^t ".

Пункт 4.4.5. Исключить последний абзац.

Пункты 5.1. и 5.2. Исключить слово "ведомственной".

Приложение 2. Изложить весь текст в новой редакции:

Плотность воды при различных температурах

Температура, °С	Плотность, г/см
18,0	0,9986
19,0	0,9984
20,0	0,9982
21,0	0,9980
22,0	0,9978